# ENGLISH TRANSLATION OF JP 10-147783 A

# **CLAIMS**

- 1. A liquid crystal material comprising a liquid crystal material main body, a polymer-forming material, a first polymerization initiator that has a poor compatibility with the liquid crystal material main body, and a second polymerization initiator that has a good compatibility with the liquid crystal material main body.
- 2. The liquid crystal material according to claim 1, wherein the first polymerization initiator has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body.
- 3. The liquid crystal material according to claim 1 or 2, wherein the first polymerization initiator has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator.
- 4. The liquid crystal material according to one of claims 1 to 3, wherein the second polymerization initiator has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body.
- 5. The liquid crystal material according to one of claims 1 to 4, wherein the second polymerization initiator has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator.
- 6. The liquid crystal material according to one of claims 1 to 5, further comprising a light absorbing agent that has a good compatibility with said liquid crystal material main body.
- 7. The liquid crystal material according to claim 6, wherein the light absorbing agent has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that overlaps with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator.

- 8. The liquid crystal material according to claim 6 or 7, wherein the second polymerization initiator has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the light absorbing agent.
- 9. A method for manufacturing a liquid crystal optical element comprising the steps of:

placing a liquid crystal material comprising a liquid crystal material main body, a polymer-forming material, a first polymerization initiator that has a poor compatibility with the liquid crystal material main body, and a second polymerization initiator that has a good compatibility with the liquid crystal material main body into an arbitrarily chosen sealed space; and

irradiating said liquid crystal material with a first light that is within the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator, followed by irradiation with a second light that is within the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator.

10. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to claim 9, wherein:

a polymerization initiator that has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body is used as the first polymerization initiator; and

a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator, and does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body is used as the first light for the irradiation.

11. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to claim 9 or 10, wherein:

a polymerization initiator that has, in its light absorbing wavelength region, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator is used as the first polymerization initiator; and

a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator, and does not overlap with the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator is used as the first light for the irradiation.

- 12. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to one of claims 9 to 11, wherein a polymerization initiator having a light absorbing wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body is used as the second polymerization initiator, and a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator, and does not overlap with the light absorbing wavelength region of the liquid crystal material main body is used as the second light for the irradiation.
- 13. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to one of claims 9 to 12, wherein:
- a polymerization initiator having, in its light absorbing wavelength range, a light absorbing wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator is used as the second polymerization initiator; and
- a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator, and does not overlap with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator is used as the second light for the irradiation.
- 14. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to one of claims 9 to 13, wherein the liquid crystal material further comprising a light absorbing agent that is compatible with said liquid crystal material main body is used as the liquid crystal material.
- 15. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to claim 14, wherein:
- a light absorbing agent having, in its light absorbing wavelength range, a wavelength region that overlaps with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator is used as the light absorbing agent; and
- a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the light absorbing agent, and overlaps with the light absorbing wavelength region of the first polymerization initiator is used as the first light for the irradiation.

16. The method for manufacturing a liquid crystal optical element according to claim 14 or 15, wherein:

a light absorbing agent having, in its light absorbing wavelength range, a wavelength region that does not overlap with the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator is used as the light absorbing agent; and

a light having a wavelength region that is within the light absorbing wavelength region of the second polymerization initiator, and does not overlap with the light absorbing wavelength region of the light absorbing agent is used as the second light for the irradiation.

# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平10-147783

(43)公開日 平成10年(1998)6月2日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	FΙ		
C09K	19/54		C09K	19/54	Z
G02F	1/13	500	G02F	1/13	500
	1/1333			1/1333	

# 審査請求 未請求 請求項の数16 〇L (全 14 頁)

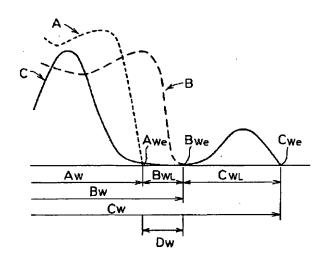
	特願平8-309339	(71) 出願人	000005821 松下電器産業株式会社
(22)出顧日	平成8年(1996)11月20日		大阪府門真市大字門真1006番地
		(72)発明者	山本 雅夫
			大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
			産業株式会社内
		(72)発明者	西村 紀子
			大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
			産業株式会社内
		(74)代理人	弁理士 岡田 和秀

# (54) 【発明の名称】 液晶材料および液晶光学素子の製造方法

# (57)【要約】

【課題】 液晶光学素子の電荷保持特性及び高温での散 乱特性を改善する。

【解決手段】 液晶材料本体201に、高分子形成材料21と、液晶材料本体201に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤221と、液晶材料本体201に対して相溶性の良い第2の重合開始剤231とを混合してなる液晶材料241を任意の封入空間に配置する。そして、液晶材料241に対して第1の重合開始剤221の光吸収波長領域内Bwの第1の光線を照射すると、高分子形成材料21が重合し、高分子形成材料21中の低分子量材料は液晶材料本体201中に浸透する。続いて、液晶材料241に対して第2の重合開始剤231の光吸収波長領域Cw内の第2の光線を照射すると、液晶材料本体201中に浸透した低分子量成分の重合が進行し、液晶材料本体201中の残存物の量が減少する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液晶材料本体と、高分子形成材料と、液晶材料本体に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤と、液晶材料本体に対して相溶性の良い第2の重合開始剤とを含有することを特徴とする液晶材料。

1

【請求項2】 請求項1記載の液晶材料であって、第1 の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、液晶材料 本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するも のであることを特徴とする液晶材料。

【請求項3】 請求項1または2記載の液晶材料であって、第1の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることを特徴とする液晶材料。

【請求項4】 請求項1ないし3のいずれか記載の液晶 材料であって、第2の重合開始剤は、その光吸収液長領 域の中に、液晶材料本体の光吸収液長領域とは重複しな い波長域を有するものであることを特徴とする液晶材 料。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれか記載の液晶 材料であって、第2の重合開始剤は、その光吸収波長領 20 域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複 しない波長域を有するものであることを特徴とする液晶 材料。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれか記載の液晶 材料であって、液晶材料本体に対して相溶性の良い光線 吸収剤をさらに含んでいることを特徴とする液晶材料。

【請求項7】 請求項6記載の液晶材料であって、光線吸収剤は、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域を有するものであることを特徴とする液晶材料。

【請求項8】 請求項6または7記載の液晶材料であって、第2の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、 光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることを特徴とする液晶材料。

【請求項9】 液晶材料本体と、高分子形成材料と、液晶材料本体に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤と、液晶材料本体に対して相溶性の良い第2の重合開始剤とを含有してなる液晶材料を、任意の封入空間に配置する工程と、

前記液晶材料に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内 40 にある第1の光線を照射したのち、第2の重合開始剤の 光吸収波長領域内にある第2の光線を照射する工程と、 を含むことを特徴とする液晶光学素子の製造方法。

【請求項10】 請求項9記載の液晶光学素子の製造方法であって、第1の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、

第1の光線として、第1の重合開始剤の光吸収波長領域 内であり、かつ、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重 複しない波長域の光線を照射することを特徴とする液晶 50 光学素子の製造方法。

【請求項11】 請求項9または10記載の液晶光学素子の製造方法であって、第1の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、

第1の光線として、第1の重合開始剤の光吸収波長領域 内であり、かつ、第2の重合開始剤の光吸収波長領域と は重複しない波長域の光線を照射することを特徴とする 液晶光学素子の製造方法。

【請求項12】 請求項9ないし11のいずれか記載の 液晶光学素子の製造方法であって、第2の重合開始剤と して、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸 収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、 第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域 内であり、かつ、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重 複しない波長域の光線を照射することを特徴とする液晶 光学素子の製造方法。

【請求項13】 請求項9ないし12のいずれか記載の 液晶光学素子の製造方法であって、第2の重合開始剤と して、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の 光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用 い、

第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域 内であり、かつ、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と は重複しない波長域の光線を照射することを特徴とする 液晶光学素子の製造方法。

【請求項14】 請求項9ないし13のいずれか記載の 液晶光学素子の製造方法であって、液晶材料として、液 晶材料本体に対して相溶性を有する光線吸収剤をさらに 含有するものを用いることを特徴する液晶光学素子の製 造方法。

【請求項15】 請求項14記載の液晶光学素子の製造 方法であって、光線吸収剤として、その光吸収波長領域 の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する 波長域を有するものを用い、

第1の光線として、光線吸収剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域の光線を照射することを特徴とする液晶光学素子の製造方法。

【請求項16】 請求項14または15記載の液晶光学素子の製造方法であって、光線吸収剤として、その光吸収波長領域の中に、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、

第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域 であり、かつ、光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複し ない波長域の光線を照射することを特徴とする液晶光学 素子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、高分子分散型液晶

等の材料となる液晶材料およびそれを用いた液晶光学素 子の製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】近年、特開昭60-252687号公報に示されるような、液晶の屈折率を変化させて散乱状態と透過状態とを切り換える液晶光学素子が多くの研究、開発者の注目を集めている。

【0003】この液晶光学素子は、液晶分子と同等の屈 折率を有する高分子にネマチック液晶を分散保持させた 高分子分散型液晶を用いており、この高分子分散型液晶 を電極を有する上下一対の基板間に挟み込み、電界の有 無により、液晶の屈折率を変化させて散乱状態と透過状 態とを切り換えている。

【0004】この高分子分散型液晶を用いた液晶光学素子は、光の散乱を利用するため、偏光板を使用する必要がなく、直線偏光を得るために偏光板を使用しなければならない液晶光学素子(例えば、ツイステッドネマチック型(以下、TN型という)液晶光学素子)に比べて、明るく、視野角の広い表示が可能になるという利点がある。さらに、TN型等の液晶光学素子は、配向処理や上20下基板間隔を正確に制御する必要があり、大面積の表示に関しては、表示むらが出易いという不都合があるが、高分子分散型液晶を用いた液晶光学素子は、配向処理が不要で基板間隔の制御も厳密でなく、大面積の液晶光学素子も容易に作製できるという利点がある。

【0005】上記した液晶光学素子に用いられる高分子 分散型液晶の作製法としては、

- ・液晶材料本体と高分子とを共通溶媒に溶かした後に流 延するキャスト法、
- ・水溶性高分子の水溶液に液晶材料本体をエマルジョン化した後、流延する乳化 法、
- ・液晶材料本体と高分子形成材料との均一溶液をつくり、重合により相分離した のち、相分離構造を形成する相分離法、などがあるが、溶媒を必要としない相分離法がディスプレイの製造に適した工法として一般に広く行われている。

## [0006]

【発明が解決しようとする課題】高分子分散型液晶を用いた液晶光学素子は、上記したような利点、すなわち、偏光板を用いないために、TN型等の液晶光学素子に比 40 べて、明るい広視野角の表示を実現することができるが、その反面、電荷保持特性の面で性能が劣り、特に、最も一般的に行われる製法である相分離法により高分子分散型液晶を製造した場合、電荷保持特性が著しく低下することがしばしば起こる。

【0007】相分離法によって製造された高分子分散型 液晶において電荷保持特性が低下する主な原因は、高分 子形成材料と液晶との均一溶液を作製する段階で、液晶 材料本体中に高分子形成材料の一部(主として高分子形 成材料中の低分子量のモノマー材料)が溶け出すことで 50 ある。さらには、低分子量材料が液晶材料本体中に溶出することは、液晶材料本体の相転移温度(等方相からネマチック相への転移温度)を低下させ、高温での散乱特性を悪化させる要因ともなるので、この点でも都合の悪いものであった。

【0008】液晶材料本体中における不要な溶出物を減らす一つの手法として、重合時の光強度を強くする方法が考えられるが、液晶材料本体自体が強力な光で劣化し、電荷保持特性のみならず、駆動電圧等の他の特性にも悪影響を及ぼす場合がしばしば発生するので、問題の解決にはならない。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】本願発明者は、高分子分 散型液晶の形成に用いる重合開始剤と液晶材料本体の溶 解性(相溶性)に注目し、多くの実験を行った結果、高 分子分散型液晶を利用した液晶光学素子の電荷保持特性 及び高温での散乱特性には重合開始剤と液晶材料本体と の溶解性(相溶性)が関係していることを見い出した。 更に、重合時の光による液晶材料本体の劣化は、液晶材 料本体と相溶性の良い紫外線吸収剤を選択的に利用する ことで最小限に効率よく抑えることができることを見い 出した。

【0010】そこで、本発明は、液晶材料本体と、高分子形成材料と、液晶材料本体に対して相溶性の低い第1の重合開始剤と、液晶材料本体に対して相溶性の高い第2の重合開始剤とを備えて液晶材料を構成している。

#### [0011]

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明 は、液晶材料本体と、高分子形成材料と、液晶材料本体 に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤と、液晶材料本 体に対して相溶性の良い第2の重合開始剤とを含有して いることに特徴を有しており、これにより次のような作 用を有する。すなわち、液晶材料の状態では、第2の重 合開始剤は液晶材料本体中に、また第1の重合開始剤は 液晶材料本体の外に追いやられて、高分子形成材料中に 溶け出す。この状態で、液晶材料に対して第1の重合開 始剤の光吸収波長領域にある光線(以下、第1の光線と いう)を照射すると、高分子形成材料が重合する。この とき、高分子形成材料中に含まれるモノマー材料等の低 分子量材料は液晶材料本体中に浸透する。引き続いて、 液晶材料に対して第2の重合開始剤の光吸収波長領域に ある光線(以下、第2の光線という)を照射すると、液 晶材料本体中に浸透したモノマー材料等の低分子量成分 の重合が進行する。これにより、液晶材料本体中の残存 物(低分子量成分)の量は減少する。

【0012】本発明の請求項2に記載の発明は、請求項1に係る液晶材料において、第1の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すな

収波長領域と重複する波具

わち、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内の、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を、前記第1の光線として選択すれば、第1の光線により液晶材料本体に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0013】本発明の請求項3に記載の発明は、請求項1または2に係る液晶材料において、第1の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内の、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を、前記第1の光線として選択すれば、第1の光線により第2の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0014】本発明の請求項4に記載の発明は、請求項1ないし3のいずれかに係る液晶材料において、第2の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような20作用を有する。すなわち、第2の重合開始剤の光吸収波長領域内の、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を、前記第2の光線として選択すれば、第2の光線により液晶材料本体に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0015】本発明の請求項5に記載の発明は、請求項1ないし4のいずれかに係る液晶材料において、第2の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第2の重合開始剤の光吸収波長領域内の、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を、前記第2の光線として選択すれば、第2の光線により第1の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0016】本発明の請求項6に記載の発明は、請求項1ないし5のいずれかに係る液晶材料において、液晶材料本体に対して相溶性を有する光線吸収剤をさらに含んでいることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、光線吸収剤は液晶材料本体中に溶け出したうえで、前記した第1の光線が液晶材料本体および第2の重合開始剤に吸収されることを、また、前記した第2の光線が液晶材料本体に吸収されることを抑制する。

【0017】本発明の請求項7に記載の発明は、請求項6に係る液晶材料において、光線吸収剤は、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第1の光線として、光線吸収剤の光吸収波長領域内の、

第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域の 光線を選択すれば、第1の光線が液晶材料本体に吸収さ れることを効率よく抑制する。

6

【0018】本発明の請求項8に記載の発明は、請求項6または7に係る液晶材料において、第2の重合開始剤は、その光吸収波長領域の中に、光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものであることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域の中の、光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を選択すれば、第2の光線が光線吸収剤に不要に吸収されることはなくなる。

【0019】本発明の請求項9に記載の発明は、液晶材 料本体に、高分子形成材料と、液晶材料本体に対して相 溶性の悪い第1の重合開始剤と、液晶材料本体に対して 相溶性の良い第2の重合開始剤とを含有してなる液晶材 料を任意の封入空間に配置する工程と、前記液晶材料 に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内にある第1の 光線を照射したのち、第2の重合開始剤の光吸収波長領 域内にある第2の光線を照射する工程とを含んで、液晶 光学素子の製造方法を構成しており、これにより次のよ うな作用を有する。すなわち、液晶材料に対して第1の 光線を照射すると、高分子形成材料が重合し、高分子形 成材料中に含まれるモノマー材料等の低分子量材料は液 晶材料本体中に浸透する。引き続いて、液晶材料に対し て第2の光線を照射すると、液晶材料本体中に浸透した モノマー材料等の低分子量成分の重合が進行する。これ により、液晶材料本体中の残存物(低分子量成分)の量 は減少する。

【0020】本発明の請求項10に記載の発明は、請求項9に係る液晶光学素子の製造方法において、第1の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、第1の光線として、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することに特徴を有しており、これにより、次のような作用を有する。すなわち、第1の光線により液晶材料本体に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0021】本発明の請求項11に記載の発明は、請求項9または10に係る液晶光学素子の製造方法において、第1の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、第1の光線として、第1の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することに特徴を有しており、これにより、次のような作用を有する。すなわち、第1の光線により第2の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0022】本発明の請求項12に記載の発明は、請求項9ないし11のいずれかに係る液晶光学素子の製造方法において、第2の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、液晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第2の光線により液晶材料本体に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0023】本発明の請求項13に記載の発明は、請求項9ないし12のいずれかに係る液晶光学素子の製造方法において、第2の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第2の光線により第1の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。

【0024】本発明の請求項14に記載の発明は、請求項1ないし13のいずれかに係る液晶光学素子の製造方法において、液晶材料として、液晶材料本体に対して相溶性を有する光線吸収剤をさらに含有するものを用いることを特徴しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、光線吸収剤は液晶材料本体中に溶け出したうえで、第1の光線が液晶材料本体および第2の重合開始剤に吸収されることを、また、第2の光線が液晶材料本体に吸収されることを抑制する。

【0025】本発明の請求項15に記載の発明は、請求項14に係る液晶光学素子の製造方法において、光線吸収剤として、その光吸収波長領域の中に、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域を有するものを用い、第1の光線として、光線吸収剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第1の重合開始剤の光吸収波長領域と重複する波長域の光線を用いることに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第1の光線が第2の重合開始剤や液晶材料本体に吸収され40ることを光線吸収剤が効率よく抑制する。

【0026】本発明の請求項16に記載の発明は、請求項14または15に係る液晶光学素子の製造方法において、第2の重合開始剤として、その光吸収波長領域の中に、光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域を有するものを用い、第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域であり、かつ、光線吸収剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することに特徴を有しており、これにより次のような作用を有する。すなわち、第2の光線が、不要に光線吸収剤に吸収50

されることがなくなる。

【0027】なお、第1、第2の重合開始剤としては、液晶材料本体に対する相溶性の良し悪しにより選定すればよく、チバガイキ(株)製のDarocure1173、Darocure 4265やIrgacure184、Irgacure651など一般に市販されているものから構成できる。

【0028】また、光線吸収剤としても、液晶材料本体に対する相溶性、および光吸収波長領域により、選定すればよく、サリチル酸誘導体、ベンゾフェノン誘導体等の一般に市販されているものから構成できる。

【0029】さらには、高分子形成材料としては、マトリクスの形成材料である、オリゴマー、モノマーも、重合開始剤の存在下で光または熱により重合するものであれば特に限定されず、モノマー材料としては、2-エチルヘキシルアクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、ネオペンチルグリコールドアクリレート、ヘキサンジオールジアクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレートなど一般に市販されているアクリル系モノマー、さらには広く、アクリル系・エポキシアの市販品も用いることができる。また、高分子形成材料中に含まれるオリゴマー材料としては、ポリウレタンアクリレート、ポリエステルアクリレート、エポキシアクリレートなどを用いることができる。

【0030】以下、本発明の実施の形態を図を参照して 説明する。

【0031】図1は本発明の液晶材料を用いて作製した 液晶光学素子の断面図である。

【0032】この液晶光学素子は、インジウム・錫酸化物よりなる透明電極層3と絶縁膜4とが順次積層形成された一対のガラス基板1,2を備えている。これらガラス基板1,2は互いの透明電極層3を所定の間隔を空けて対向配置されており、対向透明電極層3,3間には、高分子分散型液晶5が配置されている。高分子分散型液晶5は高分子マトリクス6中に液晶7を分散保持して構成されている。高分子分散型液晶5は、基板1,2の周縁に配置されたスペーサ兼シール樹脂8により透明電極層3,3の間に封止されている。

# 【0033】第1の実施の形態

次に、上述した液晶光学素子の製造方法の第1の実施の 形態を図2を参照して説明する。

【0034】インジウム・錫酸化物よりなる透明電極層 3と絶縁膜4とを形成した一対のガラス基板1,2を用意し、一方のガラス基板(図では、下側のガラス基板)2の周縁全周を覆って、直径13μmのガラス繊維を分散した酸無水物硬化型エポキシ樹脂からなるスペーサ兼シール樹脂8を所定の形状(例えば断面方形の角枠形状)で印刷形成する。このとき、スペーサ兼シール樹脂8には、開口部9を形成しておく。

【0035】スペーサ兼シール樹脂8を形成したガラス基板2に他方のガラス基板1を対向させ、この状態でガラス基板1,2をその厚み方向に加圧して140℃で4時間加熱することでスペーサ兼シール樹脂8を硬化させるとともに、ガラス基板1,2を接着する。これにより、空セル10が完成する。

【0036】次に、液晶材料本体201と、高分子形成材料211と、液晶材料本体201に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤221と、液晶材料本体201に対して相溶性の良い第2の重合開始剤231とを混合してなる液晶材料241を用意する。

【0037】液晶材料本体201は、トラン系液晶材料を8.200g用いる。高分子形成材料21は、ラウリルアクリレート(例えば、共栄社油脂化学工業(株)製)からなる高分子形成モノマー0.954gと、M6100(商品名:東亜合成化学工業(株)製)からなるオリゴマー0.808gとの混合したものを用いる。第1の重合開始剤221は、2,2ージメトキシー2フェニルーアセトフェノン(Irgacure651(商品名):チバガイキ(株))を0.019g用いる。第2の重合開始201は、2,4,6ートリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド(TMOPO)を0.019g用いる。

【0038】第1,第2の重量開始剤221,231の性質を規定する際に用いた判断基準、すなわち、液晶材料本体201に対する相溶性の良し悪しの判断基準を説明する。相溶性の良し悪しはその物質の溶解パラメータを互いに比較することで判定できる。高分子化合物の溶解パラメータは、溶媒に溶解させた高分子化合物を対して、非溶剤を加えていき、濁り始める点を観測することで測定することができるが、水素結合の比較的少ない高分子化合物であれば、例えば、次の①式により算出することができる。

[0039]  $SP = \rho \Sigma G/M \cdots ①$ 

SP:溶解パラメータ

ρ: 高分子化合物の密度

G: 凝集エネルギー定数

M: 高分子化合物を構成する基本分子の分子量 相溶性の良し悪しは、このようにして求めた溶解パラメ ータを用いて次のように規定できる。すなわち、第1の 40 物質の溶解パラメータをSP1とし、第2の物質の溶解 パラメータをSP2とすると、次の②式が満たされる場 合には、第2の物質は、第1の物質に対して相溶性が良 いといえる。

【0040】 $SP_2-1 \le SP_1 \le SP_2+1 \cdots ②$ 同様に、次の③式が満たされる場合には、第2の物質は、第1の物質に対して相溶性が悪いといえる。

[0041]

 $SP_2 < SP_1 - 1$ ,  $\pm t t t t SP_2 > SP_1 + 1 \cdots 3$ 2,  $2 - \frac{1}{2} + \frac{1}{2$  gacure651 (商品名): チバガイキ (株) 製) からなる 第1の重合開始剤 221の溶解パラメータは上記①式に より約8.0 と算出され、2,4,6ートリメチルベン ゾイルジフェニルホスフィンオキシド (TMOPO) か らなる第2の重合開始剤 231の溶解パラメータは同様 に約9.7 と算出される。

【0042】本実施の形態では、液晶材料本体として、溶解パラメータ約9.8のトラン系液晶材料からなる液晶材料本体201を選定しており、これに基づいて上述した第1,第2の重量開始剤221,231が選定されている。したがって、液晶材料本体201を第1の物質とし、第1,第2の重合開始剤221は、液晶材料本体201に対して上記③式を満たすことが確認できる。つまり、第1の重合開始剤221は、液晶材料本体201に対して相溶性が悪いと規定できる。第2の重合開始剤231は、液晶材料本体201に対して上記②式を満たすことが確認できる。つまり、第2の重合開始剤231は、液晶材料本体201に対して上記②式を満たすことが確認できる。つまり、第2の重合開始剤231は、液晶材料本体201に対して相溶性が良いと規定できる。

【0043】また、上述した液晶材料本体201,第1の重合開始剤221、および第2の重合開始剤231の光吸収波長領域について、図3を参照して説明する。図3は、横軸を波長(右に行くほど長波長)に、縦軸を吸光強度にしている。また、図中、符号Aは、液晶材料本体201の光吸収スペクトルであり、符号Awは、液晶材料本体201の光吸収波長領域である。符号Bは、液晶材料本体201に対して相溶性が悪い第1の重合開始剤221の光吸収波長領域である。符号Cは、液晶材料本体201に対して相溶性の良い第2の重合開始剤231の光吸収スペクトルであり、符号Cwは、第1重合開始剤231の光吸収スペクトルであり、符号Cwは、第2の重合開始剤231の光吸収スペクトルであり、符号Cwは、第2の重合開始剤231の光吸収波長領域である。

【0044】この図から明らかなように、液晶材料本体201の光吸収波長領域Awが最も短波長側にある。第1の重合開始剤221の光吸収波長領域Bwは光吸収波長領域Awと交差しているものの、光吸収波長領域Awより長波長側に延出した波長域BMLを有している。第2の重合開始剤231の光吸収波長領域Cwは光吸収波長領域Aw, Bwと交差しているものの、これら光吸収波長領域Aw, Bwよりさらに長波長側に延出した波長域CmLを有している。

【0045】第2の重合開始剤221の光吸収波長領域 Cwは、その波長領域中央に、第2の重合開始剤231に よってほとんど吸収不可能な波長域Dwが存在してい る。波長域Dwは、光吸収波長領域Bwの波長域Bmとほ ぼ同じ波長域となっている。

【0046】なお、各光吸収波長領域Aw, Bw, Cwは、ギャップ13μmの石英セルに、上記した液晶材料本体201、第1の重合開始剤221,および第2の重合開始剤231をそれぞれ充填した状態で測定した結果

であって、光吸収波長領域Awの長波長側端部Awe は330 nmであり、光吸収波長領域Bwの長波長側端部Bwe は360 nmであり、光吸収波長領域Cwの長波長側端部Cwe は410 nmである。

【0047】したがって、各長波長側端部  $A_{\text{We}}$ ,  $B_{\text{We}}$ ,  $C_{\text{We}}$ には、 $A_{\text{We}}$  <  $B_{\text{We}}$  <  $C_{\text{We}}$  の関係があり、波長域  $B_{\text{WL}}$  は330~360 n m の範囲であり、波長域  $C_{\text{WL}}$  は360~410 n m の範囲となっている。

【0048】各光吸収波長領域AW, BW, CWがこのように設定されているので、液晶材料241に対して波長域BMLの光線を照射すると、その光線は第2の重合開始剤231や液晶材料本体201にほとんど吸収されずに、第1の重合開始剤221だけに選択的に吸収される。また、液晶材料241に対して波長域CMLの光線を照射すると、その光線は第1の重合開始剤221や液晶材料本体201にはほとんど吸収されずに、第2の重合開始剤231だけに選択的に吸収される。

【0049】以上のような特性を備えた液晶材料本体201、第1の重合開始剤221、および第2の重合開始剤231を混合してなる液晶材料241を20℃で十分撹拌する。すると、液晶材料本体201に対して相溶性が良い第2の重合開始剤231は液晶材料本体201中に溶け出す一方、液晶材料本体201に対して相溶性が悪い第1の重合開始剤221は、液晶材料本体201の外、すなわち、高分子形成材料21中に溶け出す。

【0050】さらに、十分撹拌した液晶材料241を、20℃の温度を維持した状態で、開口部9から空セル10に注入する。液晶材料241を注入した後は開口部9を封止する。

【0051】そして、空セル10内の液晶材料241に対して、20℃の温度を維持した状態で、波長域  $B_{\rm M}$  にある350 n m の紫外線光である第1の光線を約25 m W/c  ${\rm m}^2$  でもって100秒照射し、液晶材料241の重合を行う。すると、まず、第1の重合開始剤221が偏在している高分子形成材料21が、第1の重合開始剤221の作用により重合する。このとき、波長域  $B_{\rm M}$  は光吸収波長領域  $A_{\rm W}$ ,  $C_{\rm W}$  とは重複しない波長域であるので、この波長域  $B_{\rm M}$  内にある第1の光線は液晶材料本体201や第2の重合開始剤231に吸収されることはない。

【0052】第1の光線の照射により、高分子形成材料 21中のモノマー材料等の低分子量材料は高分子形成材料21から追い出されて液晶材料本体201内に浸透する。

【0053】したがって、液晶材料本体201には、第2の重合開始剤231と低分子量材料とが偏在することになる。

【0054】引き続いて、空セル10内の液晶材料に対して、波長域Cmにある400nmの紫外線光である第2の光線を約3mW/cm²でもって30秒照射して光

アニールを施す。すると、液晶材料本体201中に残存している低分子量材料の重合が進行して、液晶材料本体201中の残存物である低分子量材料がほとんどなくなる。このとき、波長域Cm は光吸収波長領域Aw, Bwとは重複しない波長域であるので、この波長域Cm 内にある第2の光線は液晶材料本体201や第1の重合開始剤221に吸収されることはない。このようにして、高分子分散型液晶からなる液晶光学素子が完成する。

12

【0055】以上のようにして、液晶光学素子を製造すると、液晶材料本体201から低分子材料等の残存物がほとんどなくなり、これによって電化保持特性が向上する

【0056】また相転移温度(等方相からネマチック相 への相転移温度)も向上し、さらには、高温での散乱特 性の悪化も軽減される。

#### 【0057】第2の実施の形態

この実施の形態の製造方法は、第2の重合開始剤が異なるものの、その他の構成物質については、第1の実施の形態の液晶材料241と同じ液晶材料242を用い、さらには製造手順も第1の実施の形態と同一であるので、それらに付いては、説明を省略する。

【0058】この実施の形態の液晶材料242では、液晶材料本体201に対して相溶性が良く、かつ光吸収特性が第1の実施の形態と同様である第2の重合開始剤として、溶解パラメータ約8.7の重合開始剤である2ーヒドロキシー2ーメチルー1フェニルプロパン1ーオンと溶解パラメータ約10.2の重合開始剤であるジフェニルホスフィンオキシド誘導体との等量混合物であるチバガイキ(株)製のDarocure4265(商品名)からなる第2の重合開始剤232を0.019g用いた。

# 【0059】第3の実施の形態

この実施の形態の製造方法は、第2の重合開始剤が異なるものの、その他の構成物質については、第1の実施の形態の液晶材料241と同じ液晶材料243を用い、さらには製造方法も第1の実施の形態と同一であるので、それらに付いては、説明を省略する。

【0060】この実施の形態の液晶材料243では、液晶材料本体201に対して相溶性が良く、かつ、光吸収特性が第1の実施の形態と同様である第2の重合開始剤として、溶解パラメータ約8.7の重合開始剤である2ーヒドロキシー2ーメチルー1フェニルプロパン1ーオンと溶解パラメータ約9.7の重合開始剤であるジフェニルホスフィンオキシド誘導体との等量混合物であるチバガイキ(株)製のDarocure1700(商品名)からなる第2の重合開始剤233を0.038g用いた。

#### 【0061】第4の実施の形態

本実施の形態では、次のように構成した液晶材料 2 4 4 を用いる。

【0062】すなわち、

・第1の実施の形態とは異なり、溶解パラメータ約9.

2を有するトラン系液晶材料からなる液晶材料本体20 2を8.200g (第1の実施の形態の液晶材料本体2 01の溶解パラメータは約9.8)、

- ・第1の実施の形態と同じ高分子形成材料21を1.762g、
- ・第1の実施の形態と同じ第1の重合開始剤221を 0.019g、
- ・第1の実施の形態とは異なり、溶解パラメータ約8.7の重合開始剤である2ーヒドロキシー2ーメチルー1フェニルプロパン1ーオンと溶解パラメータ約10.2の重合開始剤ジフェニルホスフィンオキシド誘導体との等量混合物であるチバガイキ(株)製のDarocure4265(商品名)からなり、液晶材料本体に対して相溶性の良

(商品名)からなり、液晶材料本体に対して相溶性の良く、しかも光学的特性が同様である第2の重合開始剤234を0.019g、

・溶解パラメータ約8.7を有して、上記した液晶材料本体202に対して相溶性が良く、かつ、最大吸光波長領域Emが330~370nmである2,2'ージヒドロキシー4ーメトキシベンゾフェノンからなる紫外線吸収剤251を0.05g、

以上のものを混合して液晶材料244を構成した。

【0063】次に、液晶材料244を構成する上記各物質の光吸収波長領域について、図4を参照して説明する。図4は、横軸を波長(右に行くほど長波長)に、縦軸を吸光強度を示している。図中、符号A'は、液晶材料本体202の光吸収スペクトルであり、符号Aw'は液晶材料本体202に対して相溶性が悪い第1の重合開始剤221の光吸収スペクトルであり、符号Bw'は第1重合開始剤221の光吸収波長領域である。符号C'は液晶材料本体202に対して相溶性が良い第2の重合開始剤234の光吸収スペクトルであり、符号Cw'は第2の重合開始剤234の光吸収スペクトルであり、符号Cw'は第2の重合開始剤234の光吸収スペクトルであり、符号Cw'は第2の重合開始剤234の光吸収スペクトルであり、符号Eは紫外線吸収剤251の光吸収スペクトルであり、Ewは紫外線吸収剤251の光吸収波長領域である。

【0064】この図から明らかなように、液晶材料本体202の光吸収波長領域Aw'が最も短波長側にある。第1の重合開始剤221の光吸収波長領域Bw'は光吸収波長領域Aw'と交差しているものの、光吸収波長領域Aw'より長波長側に延出した波長域Bw.'を有している。第2の重合開始剤234の光吸収波長領域Cw'は光吸収波長領域Aw',Bw'と交差しているものの、これら光吸収波長領域Aw,Bwよりさらに長波長側に延出した波長域Cw.'を有している。

【0065】第2の重合開始剤224の光吸収波長領域 Cw'は、その波長領域中央に、第2の重合開始剤234 によってほとんど吸収不可能な波長域Dw'が存在して いる。波長域Dw'は、光吸収波長領域Bw'の波長域B m. 'とほぼ同じ波長域となっている。

【0066】紫外線吸収剤251の光吸収波長領域Ewは 50

波長域Bm. を覆って存在している。さらには、光吸収波長領域Emのうち、最も光を吸収する波長域である最大吸光波長域Em も波長域Bm. を覆っている。また、波長領域Emと波長域Cm. とは交差しているものの、波長域Cm. の方が、長波長側に延出しており、波長域Cm. は、波長領域Ewに含まれない波長域Wを有している。

【0067】なお、各光吸収波長領域Aw', Bw', C w'Ewおよび最大吸光波長域Ew は、ギャップ13μm の石英セルに、上記した液晶材料本体201、第1の重 合開始剤221, 第2の重合開始剤234, および紫外線 吸収剤251をそれぞれ充填した状態で測定した結果で あって、光吸収波長領域Aw'の長波長側端部Awe'は 330nmであり、光吸収波長領域Bw'の長波長側端 部Bwe'は360nmであり、光吸収波長領域Ewの長 波長側端部Emは370nmであり、光吸収波長領域C w'の長波長側端部Cwe'は410nmである。したが って、各長波長側端部AWe', Bwe', Cwe'EWeに は、AWe' < Bwe' < EWE < Cwe' の関係があり、波長 域Bm, は330~360nmの範囲であり、波長域C wl, は360~410 nmの範囲であり、波長域Wは3 70~410nmの範囲である。また、紫外線吸収剤2 51の最大吸光波長域Em は330~370nmであ

【0068】各光吸収波長領域Aw', Bw', Cw', Ew (Ew) がこのように設定されているので、液晶材料244に対して波長域Bw の光線を照射すると、その光線は第2の重合開始剤234や液晶材料本体202にはほとんど吸収されずに、第1の重合開始剤221だけに選択的に吸収される。また、液晶材料244に対して波長域Cw (特に、波長域W) の光線を照射すると、その光線は第1の重合開始剤221や液晶材料本体202にほとんど吸収されずに、第2の重合開始剤234だけに選択的に吸収される。

【0069】以上の性質を備えた各物質から構成される 液晶材料244を20℃で十分撹拌する。すると、液晶 材料本体202に対してそれぞれ相溶性の良い第2の重 合開始剤234および紫外線吸収剤251は液晶材料本体 202中に溶け出す一方、液晶材料本体202に対して相 溶性の悪い第1の重合開始剤221は、液晶材料本体2 02の外、つまりは高分子形成材料21中に溶け出す。 【0070】次に、液晶材料を、20℃の温度を維持し た状態で、開口部9から空セル10に注入し、開口部9 を封止する。そして、波長域Bm. 'にある350nmの 紫外線光である第1の光線を約25mW/cm²でもっ て100秒照射し、液晶材料244の重合を行う。する と、まず、第1の重合開始剤221が偏在している高分 子形成材料21が、第1の重合開始剤221の作用によ り重合する。このとき、波長域 B m. ' は光吸収波長領域 Aw', Cw'とは重複しない波長域であるので、この波 長域Bm²内にある第1の光線は液晶材料本体202や 第2の重合開始剤234に吸収されることはない。

【0071】しかしながら、第2の重合開始剤234のの光学的性質によっては、波長域Dw'において、多少とも吸光特性を有している場合がある。このような場合には、第1の光線が第2の重合開始剤234に吸収されてしまう恐れがある。このような場合であっても、液晶材料本体202に対して相溶性が良く、しかも波長域Dw'を覆う吸光波長域Ewrを有する紫外線吸収剤251が液晶材料244に含有されるために、次のような利点がある。すなわち、波長域Bwl'の紫外線光を照射すれば、液晶材料本体202においては、波長域Bwl'の光線は紫外線吸収剤251によって吸収されて光線の影響が第2の重合開始剤234に及ぶことはほとんどない。

【0072】また、紫外線吸収剤251を含有させることにより、更に次のような利点もある。すなわち、波長域Bm、内の光として照射する紫外線光の帯域が、照射手段の照射精度等によって、若干波長域Bm、を越えて広がってしまう場合がある。

【0073】このような場合、特に、短波長側に広がっ てしまった場合には、その光が液晶材料本体202に吸 収されてしまって、液晶材料本体202に悪影響を生じ させる原因となる。しかしながら、波長域Bm. 'を覆っ ている光吸収波長領域Ew (紫外線吸収剤251) の帯域 は波長域Dw'より広くなっており、光吸収波長領域Ew の短波長側端部 Ews は、光吸収波長領域 Aw'の長波長 側端部Amm'と交差している。そのため、波長領域 Dw'内の光として照射する紫外線光の帯域が、照射手 段の照射精度等によって、若干波長域Dw'を越えて短 波長側に広がってしまった場合であっても、その短波長 側の光は紫外線吸収剤251によって吸収されて、液晶 材料本体202に吸収されにくくなる。そのため、この ような光を第1の光線として照射したとしても、液晶材 料本体202に悪影響を生じさせることはほとんどなく なる。

【0074】その後、引き続いて、空セル10内の液晶材料244に対して、第2の重合開始剤234の光吸収波長領域Cwであって、紫外線吸収剤251の光吸収波長領域Ewとは重複しない波長域Wにある400nmの紫外線光からなる第2の光線を約3mW/cm²でもって30秒照射して光アニールを施す。すると、液晶材料本体244中に残存している低分子量材料の重合が進行して、液晶材料本体244中の残存物である低分子量材料がほとんどなくなる。このとき、波長域Wは光吸収波長領域Aw', Bw'とは重複しない波長域であるので、この波長域W内にある第2の光線は液晶材料本体202や第1の重合開始剤221に吸収されることはない。

【0075】さらには、紫外線吸収剤251の光吸収波 長領域Ewとは重複していない波長域Wにある400n mの紫外線光を用いるため、この紫外線光は紫外線吸収 50 剤251により吸収されることがない。そのため、紫外線光が紫外線吸収剤251に吸収されて、低分子材料の 重合が不十分になるといったことも起きない。

【0076】以上のようにして、高分子分散型液晶からなる液晶光学素子が完成する。

# 【0077】第5の実施の形態

この実施の形態の製造方法は、紫外線吸収剤が異なるものの、その他の構成物質については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料245を用い、さらには製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それらに付いては、説明を省略する。

【0078】この実施の形態の液晶材料245では、液晶材料本体202に対して相溶性が良く、かつ光吸収特性も第4の実施の形態と同様である紫外線吸収剤として、溶解パラメータ約8.8、最大吸光波長域Em280~370nm(ギャップ13μmの石英セルに充填して測定)である2,4-ジベンゾイルレゾルシノールからなる紫外線吸収剤252を0.038g用いた。

## 【0079】第6の実施の形態

この実施の形態の製造方法は、第2の重合開始剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料256を用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては、説明を省略する。

【0080】この実施の形態の液晶材料246では、液晶材料本体202に対して相溶性が良く、かつ光吸収特性も第4の実施の形態と同様である第2の重合開始剤として、溶解パラメータ約8.7の重合開始剤である2ーヒドロキシー2ーメチルー1フェニルプロパン1ーオンと溶解パラメータ約9.7の重合開始剤であるジフェニルホスフィンオキシド誘導体との等量混合物であって、かつ光吸収波長領域Cw'の長波長側端部Ewe が約420nm (ギャップ13μmの石英セルに充填して測定)であるチバガイキ (株) 製のDarocure1700 (商品名)からなる第2の重合開始剤235を0.038g用いた。

# 【0081】 第7の実施の形態

この実施の形態の製造方法は、第2の重合開始剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料241と同じ液晶材料241を用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては、説明を省略する。

【0082】この実施の形態の液晶材料247では、液晶材料本体202に対して相溶性が良く、かつ光吸収特性も第4の実施の形態と同様である第2の重合開始剤として、溶解パラメータ約9.7、光吸収波長領域 $C_W$ ,の長波長側端部 $C_{We}$ ,が約410nm(ギャップ13 $\mu$ mの石英セルに充填して測定)である2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド(TMOPO)からなる第2の重合開始剤236を0.038 g用いた。

【0083】第1~第3の実施の形態の比較例として、 次の比較例1,2の液晶材料および製造方法により、高 分子分散型液晶からなる液晶光学素子を作成した。

#### 【0084】比較例1

この比較例は、重合開始剤が異なるものの、その他については、第1の実施の形態の液晶材料241と同じ液晶材料25Aを用い、さらに、製造手順も第1の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。

【0085】この比較例は、重合開始剤を液晶材料本体に対して相溶性が悪いIrgacure651 (第1の実施の形態の第1の重合開始剤221を参照)のみとし、このような重合開始剤を0.038g合んで液晶材料25Aを構成した。Irgacure651の光吸収特性については、図3,図4の符号A,A'を参照する。

# 【0086】比較例2

この比較例は、重合開始剤が異なるものの、その他については、第1の実施の形態の液晶材料241と同じ液晶材料258を用い、さらに、製造手順も第1の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。

【0087】この比較例は、重合開始剤を、液晶材料本 20 体に対して共に相溶性の悪い二つの重合開始剤の組み合わせとしている。すなわち、

- ・Irgacure651 (第1の実施の形態の第1の重合開始剤221を参照)からなり、液晶材料本体(溶解パラメータ9.8)に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤0.019gと、
- ・チバガイキ (株) 製のDarocure1173 (商品名:溶解パラメータ約8.8を有する) からなり、液晶材料本体 (溶解パラメータ9.8) に対して相溶性の悪い第2の 重合開始剤0.019gと、を組み合わせて重合開始剤 30 を構成している。

【0088】第4~第7の実施の形態の比較例として、 次の比較例3~7の液晶材料および製造方法により、高 分子分散型液晶からなる液晶光学素子を作成した。

#### 【0089】比較例3

この比較例は、重合開始剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料25cを用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。

【0090】この比較例は、重合開始剤を液晶材料本体 40 に対して相溶性の悪いIrgacure651 (第1の実施の形態の重合開始剤221を参照)のみとし、このような重合開始剤を0.038g含んで液晶材料25cを構成した。Irgacure651の光吸収特性については、図3,図4の符号A,A'を参照する。

#### 【0091】比較例4

この比較例は、重合開始剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料250を用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。

【0092】この比較例は、重合開始剤を、液晶材料本体に対して共に相溶性の悪い二つの重合開始剤の組み合わせとしている。すなわち、

18

- ・Irgacure651 (第1の実施の形態の第1の重合開始剤221を参照)からなり、液晶材料本体(溶解パラメータ9.8)に対して相溶性の悪い第1の重合開始剤0.019gと、
- ・チバガイキ (株) 製のDarocure1173 (商品名:溶解パラメータ約8.8を有する) からなり、液晶材料本体 (溶解パラメータ9.8) に対して相溶性の悪い第2の 重合開始剤0.019gと、を組み合わせて重合開始剤を構成している。

## 【0093】比較例5

この比較例は紫外線吸収剤を加えない点だけが第5の実施の形態と異なり、その他については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料25度を用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。

#### 【0094】比較例6

この比較例は、紫外線吸収剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料 244 と同じ液晶材料 25F を用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。また、以下、説明では、第4の実施の形態と同一ないと同様の部分には同一の符号を付して説明している。【0095】この比較例は、紫外線吸収剤として、最大吸光波長領域  $E_{\rm W}$ "が  $280\sim340$  nmであって、第1の重合開始剤 22I の波長域  $B_{\rm M}$ "( $330\sim360$  nm)をカバーしきれない 24F で液晶材料 25F を構成した。

## 【0096】比較例7

この比較例は、紫外線吸収剤が異なるものの、その他については、第4の実施の形態の液晶材料244と同じ液晶材料25cを用い、さらに、製造手順も第4の実施の形態と同一であるので、それに付いては説明を省略する。また、以下、説明では、第4の実施の形態と同一ないと同様の部分には同一の符号を付して説明している。【0097】この比較例は、紫外線吸収剤として、液晶材料本体202(溶解パラメータ9.2)に対して、相溶性が悪く(溶解パラメータ9.2)に対して、相溶性が悪く(溶解パラメータ7.8)、かつ、最大吸光波長領域Em'が320~380nmであって、第1の重合開始剤22iの波長域Bm'(330~360nm)をカバーしきれない5-クロロ-2-ヒドロキシベンゾフェノンからなる紫外線吸収剤を含んで液晶材料25cを構成した。

【0098】第1~第7実施の形態の製造方法で製造した高分子分散型液晶からなる液晶光学素子と、比較例1~7の製造方法で製造した高分子分散型液晶からなる液晶光学素子とを次のようにして比較した。

えられていることがわかる。

【0099】すなわち、図5(a)に示すように、キセノンランプ50と輝度計51とを対向して配置しておいて、これらの間にシャッター52を配置する。そして、シャッター52を介して輝度計51に入射する光を遮断した時の輝度 10を測定する。

【0100】さらに、図5(b)に示すように、シャッター52を取り外した状態で、キセノンランプ50からの全光が輝度計51に入射した時の輝度 I MAX を測定する。

【 O 1 O 2 】そして、このようにして測定した各輝度 I o, I wax , I sに基づいて、次の④式により最小透過率 T<sub>min</sub> (%) を計算し、その値(最小透過率)を散乱性 の指標にした。

#### [0103]

 $T_{min}$  (%) = Is / ( $I_{MAX} - I_0$ ) ×  $100 \cdots @$  この評価によると、散乱性の良い液晶光学素子ほど、最小透過率 $T_{min}$  (%) は小さくなることになる。

【0104】このようにして、各実施の形態および各比較例の製造方法で作成した液晶光学素子の各温度における最小透過率 Tmin (%) の値を次の表1に示す。

# [0105]

【表 1 】

A 1 ]	最小	透過率Tmi	in (%)
	40℃	50℃	60℃
第1の実施の形態	3.8	3. 8	3.8
第2の実施の形態	3. 8	3. 8	3. 9
第3の実施の形態	3. 8	3. 9	4. 1
比較例1	3. 9	4. 9	6. 2
比較例2	3. 8	5. 6	6. 5
第4の実施の形態	3.8	3. 9	4. 1
第5の実施の形態	3.8	3. 8	4. 1
第6の実施の形態	3.8	4. 0	4. 3
第7の実施の形態	4. 0	4. 2	4. 2
比較例3	3. 8	4. 5	5. 5
比較例 4	4. 0	5. 1	5. 9
比較例 5	3. 9	4. 2	4. 6
比較例6	4. 1	4. 6	5. 2
比較例7	6. 1	7. 0	9. 2

【0106】この表から明らかなように、比較例1,2の製造方法で製造した液晶光学素子では、温度が上昇するにつれて、最小透過率Tmin が劣化していくのに対して、第1~第3の実施の形態の製造方法で製造した液晶光学素子では、温度が上昇しても最小透過率Tmin がほとんど劣化しない、つまり、高温での散乱性の悪化が抑50

【0107】同様に、比較例 $3\sim7$ では、温度が上昇するにつれて、最小透過率 $T_{min}$ が劣化していくのに対して、第 $4\sim$ 第7の実施の形態では、温度が上昇しても最小透過率 $T_{min}$ がほとんど劣化しない、つまり、高温での散乱性の悪化が抑えられていることがわかる。

20

【0108】また、各液晶光学素子Sの電荷保持特性を図6に示すように測定した。

【0109】電荷保持特性は液晶光学素子Sにパルス幅 $60\mu s$ 、振幅 $\pm 5V$ 、周波数60Hzの交流電界を印加したときの電圧の保持の程度を指標に評価している。図6において、符号60は印加波形であり、61は液晶光学素子Sの電圧低下の様子を示した波形である。さらに、印加波形60の次ルス印加間隔をtとし、印加波形60の波形高さをhとした面積Aと、面積Aのうち、液晶光学素子Sの電圧低下波形61によって区分される面積Bとの比から算出される値を電荷保持率とすると、電荷保持率Vxは、次の⑤式によって計算される。

 $[0110] V_K (\%) = B/A \times 100 \cdots (5)$ 

電荷保持の良好な素子ほど電圧低下は小さく、従って面積Bが大きくなり、高い電荷保持率を示すことになる。

【0111】このようにして、各実施の形態および各比較例の製造方法で作成した液晶光学素子の温度60℃における電荷保持率Vk(%)の値を次の表2に示す。

# [0112]

【表 2 】

30

40

	電荷保持率(60℃)
第1の実施の形態	97.0%
第2の実施の形態	97.3%
第3の実施の形態	96.8%
比較例1	90.1%
比較例2	89.8%
第4の実施の形態	98.3%
第5の実施の形態	99.0%
第6の実施の形態	98.6%
第7の実施の形態	97.7%
比較例3	89.8%
比較例4	90.1%
比較例5	96.8%
比較例6	95.0%
比較例7	95.0%

【0113】この表から明らかなように、第1~第3の実施の形態は、比較例1, 2に比べて電荷保持率 $V_K$ が優れているのがわかる。さらには、紫外線吸収剤をさらに添加した液晶材料を用いた第4~第7の実施の形態は比較例3~7に比べて電荷保持率 $V_K$ が優れており、さらには、紫外線吸収剤を添加していない第1~第3の実施の形態に比べても電荷保持率 $V_K$ が優れているのがわかる。

10 ができる。

【0114】さらに、各液晶光学素子Sの相転移温度Tni(等方相からネマテック相へ移行する温度)を測定した結果を次の表3に示す。

#### [0115]

## 【表3】

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
	相転移温度Tni
第1の実施の形態	92.5℃
第2の実施の形態	93.1℃
第3の実施の形態	91.5℃
比較例1	85.1℃
比較例2	83.5℃
第4の実施の形態	92.5℃
第5の実施の形態	93.1℃
第6の実施の形態	92.5℃
第7の実施の形態	93.0℃
比較例3	83.5°C
比較例 4	85.1℃
比較例 5	91.9℃
比較例 6	88. O°C
比較例7	78.5℃

【0116】この表から明らかなように、第1~第3の実施の形態は、比較例1,2に比べて相転移温度 $T_{ni}$ が高くなっているのがわかる。また、紫外線吸収剤をさらに添加した液晶材料を用いた第4~第7の実施の形態は比較例3~7に比べて相転移温度 $T_{ni}$ が高くなっているのがわかる。

【0117】なお、比較例7において、最小透過率T min の経時変化や相転移温度Tni が極端に劣化しているが、これは、添加した紫外線吸収剤(5-クロロ-2-ヒドロキシベンゾフェノン)が高分子形成材料中に溶け出し重合阻害を引き起こしたためであると考えられる。

【0118】なお、上記した実施の形態では、溶解パラメータを、凝集エネルギー定数と分子量及び密度から算出した値を用いたが、各温度における分子容(または、その逆数の密度)と蒸発熱とから求めた値、あるいは表面張力と分子容とから溶解パラメータを求めてもよい。

【0119】さらに、高分子分散型液晶中の液晶材料及び液晶の重量割合及び重合開始剤と紫外線吸収剤の混合量は、各実施の形態に記載したものに限定されるもので40ない。さらにまた、各実施の形態では、1種類のオリゴマー材料、モノマー材料を用いているが数種類の材料を混合して用いてもよく、また、高分子分散型液晶を加温した状態で光アニールを施してもよい。

# [0120]

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、 高分子分散型液晶を利用した液晶光学素子の電荷保持特 性及び高温での散乱特性を大幅に改善することができ る。以下、各請求項の効果を説明する。

## 【0121】請求項1,9の効果

第1の重合開始剤の光吸収波長領域にある第1の光線を 液晶材料に照射したのち、引き続いて、第2の重合開始 剤の光吸収波長領域にある第2の光線を照射すれば、液 晶材料本体中にモノマー材料等の低分子量成分を浸透さ せたうえで、その低分子量成分を重合させることが可能 となる。これにより、液晶材料本体中の残存物(低分子 量成分)の量を減少させることができ、この液晶材料を 用いる、ないしは製造方法で製造した液晶光学素子の電 荷保持特性及び高温での散乱特性を大幅に改善すること

22

# 【0122】請求項2,10の効果

第1の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、液 晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光 線を、第1の光線として液晶材料に照射することによ り、第1の光線によって液晶材料本体に光学的な悪影響 が及ぶことがほとんどなくなる。したがって、この液晶 材料を用いる、ないしは製造方法で製造した液晶光学素 子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更に改善する ことができる。

#### 【0123】請求項3,11の効果

第1の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第2の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を、第1の光線として液晶材料に照射することにより、第1の光線によって第2の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。したがって、この液晶材料を用いる、ないしは製造方法で製造した液晶光学素子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更に改善することができる。

# 【0124】請求項4,12の効果

第2の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、液 晶材料本体の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光 線を、前記第2の光線として液晶材料に照射することに より、第2の光線によって液晶材料本体に光学的な悪影 響が及ぶことがほとんどなくなる。したがって、この液 晶材料を用いる、ないしは製造方法で製造した液晶光学 素子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更に改善す ることができる。

# 【0125】請求項5,13の効果

第2の光線として、第2の重合開始剤の光吸収波長領域内であり、かつ、第1の重合開始剤の光吸収波長領域とは重複しない波長域の光線を照射することにより、第2の光線によって第1の重合開始剤に光学的な悪影響が及ぶことがほとんどなくなる。したがって、この液晶材料を用いる、ないしはこの製造方法で製造した液晶光学素子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更に改善することができる。

#### 【0126】請求項6,14の効果

光線吸収剤は、第1の光線が液晶材料本体および第2の 重合開始剤に吸収されることを、また、第2の光線が液 晶材料本体に吸収されることを抑制する。そのため、こ の液晶材料を用いる、ないしはこの製造方法で製造した 液晶光学素子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更 に改善することができる。

## 【0127】請求項7,15の効果

光線吸収剤は、第1の光線が第2の重合開始剤や液晶材料本体に吸収されることを効率よく抑制する。そのため、この液晶材料を用いる、ないしはこの製造方法で製造した液晶光学素子の電荷保持特性及び高温での散乱特性を更に改善することができる。

## 【0128】請求項8,16の効果

第2の光線が不要に光線吸収剤に吸収されることがなくなる。そのため、この液晶材料を用いる、ないしはこの 製造方法で製造した液晶光学素子の電荷保持特性及び高 温での散乱特性を更に改善することができる。

# 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の液晶材料を用いて製造する液晶光学素 子の構成を示す断面図である。

【図2】本発明の液晶材料を用いて製造する液晶光学素 子の製造途中の状態を示す斜視図である。

【図3】本発明の液晶材料本体、第1の重合開始剤、第 20 2の重合開始剤、および第2の重合開始剤の吸光スペク トルを示す図である。

【図4】本発明の液晶材料本体、第1の重合開始剤、第 2の重合開始剤、第2の重合開始剤、および紫外線吸収 剤の吸光スペクトルを示す図である。

【図5】液晶晶光学素子の散乱特性の評価法を示した概略図である。

【図6】液晶光学素子の電荷保持特性の評価法を示した 概略図である。

#### 【符号の説明】

201,202 液晶材料本体 21 高分子形成材料

221 第1の重合開始剤

231~6 第2の重合開始剤

2 4 1~7 液晶材料

251, 252 紫外線吸収剤

A, A' 液晶材料本体の光吸収スペクトル B, B' 第1の重合開始剤の光吸収スペクトル

C, C' 第2の重合開始剤の光吸収スペクトル

Aw, Cw' 液晶材料本体の光吸収波長領域

Bw, Bw' 第1の重合開始剤の光吸収波長領域 Cw, Cw' 第2の重合開始剤の光吸収波長領域

Bm., Bw. ' 光吸収波長領域Bwの長波長側波長域

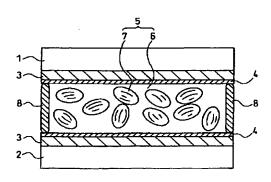
 Cw., Cw.
 光吸収波長領域Cwの長波長側波長域

 Dw, Dw
 第2の重合開始剤がほとんど吸収不可能

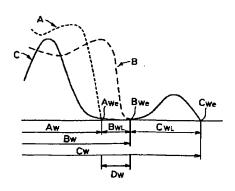
な波長域

Ew, Ew' 紫外線吸収剤の光吸収波長領域 Ewr 紫外線吸収剤の最大吸光波長域

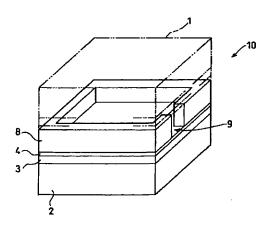
【図1】



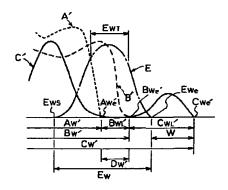
【図3】



【図2】



[図4]



【図5】







